

See English Equivalent GB 1503670

STABILISIERTES BINDEMITTEL**Publication number:** JP51102019**Publication date:** 1976-09-09**Inventor:** FURANKU AANSUTO PURONKU**Applicant:** SULPHUR CANADA**Classification:**

- international: *C08L83/00; B01F17/54; C07F7/08; C08L83/04;
C08L95/00; E01C7/18; E01C7/26; C08L83/00;
B01F17/54; C07F7/00; C08L95/00; E01C7/00; (IPC1-7):
C08L95/00; E01C7/18*

- European: C08L95/00B

Application number: JP19750144550 19751203**Priority number(s):** GB19740052222 19741203**Also published as:**

GB1503670 (A)
DE2554415 (A1)
IT1051025 (B)

[Report a data error here](#)

Abstract not available for JP51102019

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



優先権主張の出願

西暦 1974 年 12 月 3 日 英
西暦 年 月 日
西暦 年 月 日

優先権証明開示

出願番号
出願国
出願日

特許

特許願 ()

特許法第33条ただし書の規定による特許出願

特許庁長官殿

昭和

50.12.3 日

1. 発明の名称 イオウ レキセイン セイブ
硫黄 - 歴青組成物
特許請求の範囲に記載された発明の数 20

2. 発明者

住所 カナダ国 アルバータ カルガリー
フォーティーンズ アベニュー ノース ウェスト
2907

氏名 フランク アーンスト ブロンク

3. 特許出願人

住所 (国) カナダ国 ケーノーピー ユーエル9 アルバータ
カルガリー 203-ツックス アベニュー
サウスウエスト パウ パリー スクウェア
スイート 830番

氏名 (名称) サルファー デイバロメント インスタテマ
オブ カナダ (サグイック)

代表者 ヲナルド リドリイ イニア

国籍 カナダ国

4. 代理人 住所 東京都千代田区有明3丁目1番1号 電話 (代) 291-8741
氏名 (5995) 井原士 中 村 稔



明細書の浄書(内容に変更なし)

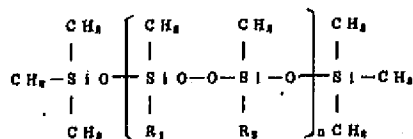
明 細 書

1. 発明の名称 硫黄 - 歴青組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 硫黄と歴青材料とエマルジョン安定化量の有機シロキサン重合体とのエマルジョンから成る、舗装用混合物の製造における鉱物骨材の安定化バインダー組成物において、上記歴青材料が連続相であり且つ上記硫黄が分散相である安定化バインダー組成物。

(2) 上記重合体が一般式



(上記一般式中、nは0~2000の数であり、R₁およびR₂は同じであつても異なつていてもよく、それぞれが、1~6個の炭素原子のアルキル、フェニル、フェノキシ、ベンジルおよび1~6個の炭素原子のハロアルキルから成る群

① 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 51-102019

④公開日 昭51. (1976) 9. 9

②特願昭 50-144450

②出願日 昭50. (1975) 12. 3

審査請求 未請求 (全8頁)

庁内整理番号 6P48 45

6P46 46

6P42 43

6P46 44

⑤2日本分類

22 D42

16 B44

26(F)L1

24H1D81

⑤ Int. Cl²

C08L Pt/00H

E01C 7/18

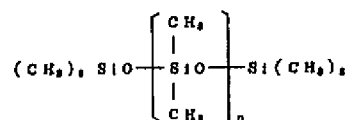
(C08L Pt/00

C08L 83/04)

から選ばれる)

を有する、特許請求の範囲第(1)項記載の組成物。

(3) 上記重合体が式



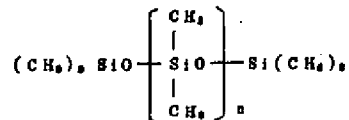
(上式中、nは0~2000の数であり、重合体の粘度が25℃で300~12,500センチストークスであるように選ばれる)

を有する、特許請求の範囲第(1)項記載の組成物。

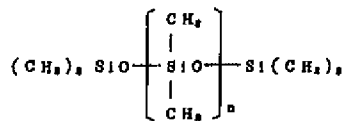
(4) 上記組成物の重量に対して60~70重量%の上記歴青材料および30~40重量%の上記硫黄、ならびに上記歴青材料の重量に対して0.1重量%以下の上記重合体から成る、特許請求の範囲第(1)、第(2)または第(3)項記載の組成物。

(5) 上記歴青材料がアスファルトであり、上記重合体がアスファルトの重量に対して約0.001重量%の安定化量で存在する、特許請求の範囲第4項記載の組成物。

- (4) 約55~95重量%の鉱物骨材と5~15重量%のバインダー組成物とから成る舗装表面を形成するのに適した舗装用混合物において、上記バインダー組成物が膠着材料の連続相と硫黄の分散相とから成り、エマルジョン安定化量の有機シロキサン重合体を含む舗装用混合物。
- (7) 上記バインダー組成物が組成物の重量に対して60~70重量%の上記膠着材料および30~40重量%の上記硫黄ならびに上記膠着材料の重量に対して0.1重量%以下の上記重合体から成る、特許請求の範囲第(4)項記載の舗装用混合物。
- (8) 上記膠着材料がアスファルトであり、且つ上記重合体がアスファルトの重量に対して約0.001重量%の安定化量で存在する、特許請求の範囲第(4)項または第(7)項記載の舗装用混合物。
- (9) 上記重合体が式



- (13) 上記重合体が式



- (上式中、nは0~2000の範囲の数であり、重合体の粘度が25℃で約300~約12500センチストークスになるように選ばれる)を有する、特許請求の範囲第(11)項または第(12)項記載の方法。
- (14) 上記の混合を約130℃~約150℃の温度で行う、特許請求の範囲第(11)、(12)または(13)項記載の方法。
- (15) 得られたエマルジョンをおだやかに攪拌しながら125℃~145℃の温度で恒温調節された貯留容器中に保持しておくことを含む、特許請求の範囲第(11)~(14)項のいずれかの項に記載の方法。
- (16) 組成物の成分を組成物の流動分割(flow division)とラジアル混合とを生じるのに適し

(上式中、nは0~2000の範囲の数であり、且つ重合体の粘度が25℃で約300~約12500センチストークスになるように選ばれる)

- を有する、特許請求の範囲第(4)、第(7)または第(8)項記載の舗装用混合物。
- (10) 特許請求の範囲第(4)~(9)項のいずれかの項に記載の舗装用混合物で形成した舗装表面。
- (11) 舗装用混合物の製造における鉱物骨材の安定化バインダー組成物の製造方法において、膠着材料とポンプ輸送可能な溶融硫黄とエマルジョン安定化量の液状有機シロキサン重合体とを高圧で一括に混合して、膠着材料の連続相と溶融硫黄の分散相とを有するエマルジョンを生成させることから成る製造方法。
- (12) 各成分を混合して、上記組成物の重量に対して60~70重量%の上記膠着材料および30~40重量%の上記硫黄、ならびに上記膠着材料の重量に対して0.1重量%以下の上記重合体を含むエマルジョンを生成させる、特許請求の範囲第(11)項記載の方法。

た複数の邪魔板を有するインラインスタティックミキサー中を通過させることから成り、上記ミキサーの直前の点で上記膠着材料と硫黄とを混合する、特許請求の範囲第(11)~(15)項のいずれかの項に記載の方法。

- (17) 上記成分が0.305~7.635m/秒の範囲の流速で上記スタティックミキサー中を流れる、特許請求の範囲第(16)項記載の方法。
- (18) 大部分の量の鉱物骨材、液状膠着材料、液状硫黄およびエマルジョン安定化量の有機シロキサン重合体を高圧で混合することから成る舗装用膠着混合物の製造方法。
- (19) 上記混合をバグミル中で行い、上記重合体を含む上記膠着材料と上記硫黄とを鉱物骨材が入っているバグミル中へ同時に入れる、特許請求の範囲第(18)項記載の方法。
- (20) 上記膠着材料と上記硫黄とを、上記バグミルの直前の点で、流動分割およびラジアル混合を起すのに適した複数の邪魔板を有するスタティックミキサー中へ導入する、特許請求の範囲

第(19)項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は舗装用混合物の製造における鉱物骨材の安定化バインダー組成物およびその製法に関する。本発明はまた舗装用組成物およびその製法にも関する。特に、本発明は舗装用混合物の製造における鉱物骨材のバインダーとして用いるための歴青材料中の硫黄のエマルジョンから成る組成物に関する。

米国特許第 2,182,837 号には、アスファルト中に乳化した硫黄から成る組成物が舗装用組成物中のバインダーとして提案された。しかし、かかるバインダーは大規模には用いられていない。これら従来のバインダーは安定性が低く、しかも舗装用組成物を製造する場合、遅滞なくバインダーを使用しなければならない。このため舗装工場においてバインダーの製造を行わねばならず、アスファルト中の硫黄のエマルジョンを生成するためのコロイドミルのような高剪断ミキサーおよび鉱物骨材とエマルジョンとを混合するためのバグ

における鉱物骨材の安定化バインダー組成物が得られる。

本発明はもう一つの面において歴青材料、溶融硫黄およびエマルジョン安定化量の有機シロキサン重合体を高温で一様に混合して、歴青材料が連続相で溶融硫黄が分散相であるエマルジョンを生成させることから成る、舗装用混合物の製造における鉱物骨材の安定化バインダー組成物の製造方法を提供する。

本発明はさらにもう一つの面において、鉱物骨材と本発明のバインダー組成物とから成り、歴青材料、硫黄、安定化量の有機シロキサン重合体および大部分の量の鉱物骨材を高温で一様に同時混合することから成る舗装用組成物の製造方法を提供する。

本発明はさらにもう一つの面において、舗装用組成物およびこの舗装用組成物で形成した舗装表面をも提供する。

本発明は一つの実施態様において、本発明のバインダー組成物を舗装用組成物の製造に使用でき

ミルの2種のミキサーの使用が必要になる。

アスファルト-硫黄組成物使用時に経験する困難と、最近までアスファルトが低価額で容易に入手できたことのために、業界では好んで舗装用組成物における骨材のバインダーとしてアスファルトを単独使用して来た。

本発明は上記の従来使用されているバインダー組成物よりずっと安定性が大きく、現在入手が容易な硫黄を歴青材料とのエマルジョンの形で使用し、かくして舗装用混合物中に用いられるより高価な成分である歴青材料の量を少なくした改良バインダー組成物を提供する。本発明はまたかかるエマルジョンの簡単な製造方法をも提供する。

本発明はさらに、硫黄-歴青エマルジョンを生成するための予備混合操作の必要のない舗装用組成物の製造方法をも提供する。

本発明によれば、硫黄と歴青材料とエマルジョン安定化量の有機シロキサン重合体とのエマルジョンから成り、上記歴青材料が連続相であり、且つ上記硫黄が分散相である、舗装用混合物の製造

るように、且つ舗装プラントの能力を維持するためにも舗装プラントの改良の必要を単純化したい場合に、バグミルの計量バケットの直前で歴青材料と硫黄との簡単なブラグフロー混合を行う方法を提供する。

本発明のエマルジョンにおいては、液状硫黄が液状歴青の連続相中の不連続相すなわち分散相を形成する。

本発明者らは何ら特別な理論に限定されたいくはないが、有機シロキサンの硫黄-歴青エマルジョンに対する安定化作用は、硫黄と歴青材料との液界面にこの重合体の不溶性単分子層が形成されることによつて生じると考えられ、この単分子層の存在により貯蔵中の液状硫黄粒子の沈降速度が顕著に小さくなると考えられる。

硫黄-歴青エマルジョンは、硫黄-歴青界面における重合体の機械的バリアーの形成によつて液状硫黄粒子の合一が防止されるため、さらに安定化される。

さらに、重合体が混合物中に存在する場合、バ

(約 $118 \sim 119^{\circ}\text{C}$)より高温でなければならぬ。上限混合温度は約 159°C であり、これより高温では硫黄の粘度が急激に増大し、ポンプ輸送が不可能になってしまう。好ましい混合温度は $130^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ の範囲である。

このエマルジョンを貯蔵するには、エマルジョンを $125^{\circ}\text{C} \sim 145^{\circ}\text{C}$ に保つた恒温調節容器に移し、この中でエマルジョンを低速回転低ビッチプロペラまたは循環ポンプでおだやかに攪拌する。エマルジョンはかかる条件下に貯蔵でき、舗装用組成物の製造におけるバインダーとしていつでも使用できる。

別法では、バインダー組成物の別々の成分を直接且つ同時に鉱物骨材と共にミキサー中に導入し、上記エマルジョン生成の条件下で混合する。この場合、ミキサーとしてはバグミルが特に適している。

現存の舗装プラントの改良を最少限にし且つプラントの正常な生産能力を維持するためには、プラント秤量バケットの直前で溶融硫黄流および膠

青材料と有機シラン重合体とからなる混合物を合流させることが一般に望ましい。このことは、両方の流れを合流させ且つ秤量バケットより上流にある適当な大きさの「ケニックス」スタティックミキサー中を通すことによつて最も有効に達成され、同時にエマルジョンが生成する。

ミキサーの大きさはミキサーを通る硫黄/膠青材料組成物の所要流速によつて大いに支配されるが、約 $0.305 \sim 7.625 \text{ m/秒}$ の範囲が適当であり、好ましくは 3.05 m/秒 の程度である。

本発明のバインダー組成物は公知の硫黄-アスファルトバインダーに比べて改良された貯蔵特性を有し、且つ硫黄蒸気の発生が少ないことがわかった。マーシャルミックス法 A S T M D 1559 で舗装用組成物を評価したところ、良好なバインダー特性を示した。このバインダー組成物はまた、通常の舗装用アスファルトセメントと比較してバインダー組成物の接着性能を評価するため行つた凍結-溶融および浸漬圧縮試験においても、良好な成績を示した。

老化試験では、本発明の硫黄/アスファルトエマルジョンコンクリートは通常のアスファルトコンクリートに比べて大きな耐久性を示した。CHVSLプログラムを用いるコンピューター舗装解析から、本発明の硫黄/アスファルトエマルジョンコンクリートを用いることにより、アスファルトコンクリートの厚さの節約、従つて材料費の節約が可能であることがわかった。

本発明のつくり立ての硫黄-アスファルトコンクリートについてのマーシャル安定性試験では対応するアスファルトコンクリートと同様な値を示すが、2週間経時後の試験では、本発明の硫黄アスファルトエマルジョンコンクリートのマーシャル安定度は、マーシャルフローのひどい低下を伴わずにかなりの増加を示した。通常のアスファルトコンクリートでは経時によるマーシャル安定度の変化は見られない。

本発明のバインダー組成物の特に重要な面は、硫黄が「過冷却」を示すことすなわち融点以下でも液状のまゝでいることである。かくして、バイン

ダーとして硫黄アスファルトエマルジョンを含む舗装用混合物は正規のアスファルトバインダーを含む舗装用混合物よりも低温でワーカビリティを保持しており、このことは当業者には明らかな利点である。

以下、本発明を実施例によつて説明する。但し、これら実施例は本発明を限定するためのものではない。

実施例 1

次の成分を全量 1800 g になるようにミキサーに導入し、温度 130°C で 10 分間乳化させた。

液状硫黄	37.5重量%
液状アスファルト(ガルファC500)	62.5重量%
ダウコーニング200フルイド (ポリジメチルシロキサンの商品名)	0.001%(アスファルトの重量に対して)

対照としてシリコーンなしのものをつくつた。

使用したミキサーは回転速度 4400 rpm で作動するカウレス(Cowless, 登録商標)ハイ・シエアインベラー系 1530 (直径 7.62 mm)を持つ「カウレス」ディソルバーIVG型である。

得られたエマルジョンは脱気して含有空気を除き、このエマルジョンの別々の試料をおだやかに攪拌しながら(100~125rpmのプロペラ回転)130℃で貯蔵した。三つの試料の頂部および底部について密度測定を行い、沈降が起こっているか否かを調べた。結果は第1表に示す通りである。

第 1 表

試 料	1/2時間		5時間		72時間	
	頂部	底部	頂部	底部	頂部	底部
対 照	1.19	1.18	1.05	1.80	1.05	1.80
ダウコーニング 200	1.19	1.19	1.10	1.21	1.15	1.20

対照エマルジョンは、第1表の各試料の頂部と底部の密度が顕著に異なることからわかるように、硫黄の沈降により5時間以内にエマルジョンが破壊した。これに対して、本発明の組成物は72時間の加熱貯蔵後もほとんど変化がなかった。

実施例 2

熔融硫黄流およびアスファルト(ガルファC5000,

針入度150~200)とダウコーニング200フルイド(アスファルトに対して0.001重量%)とを含む流れを合流させ、ケニックス1/2-10-320-0型スタティックミキサーを通してポンプ輸送した。このミキサーは6個のらせん状邪魔板を含む直径12.7mmのミキサーである。流体流の温度は138℃に保った。ミキサー中を通る線速度を15.25~70.15cm/秒の間で変化させ硫黄含量はアスファルトの15~85重量%の間で変化させた。この方法で製造したエマルジョンの試料を、光学顕微鏡法で粒度分布を測定した。すべての場合において、平均粒度は5μ以下であり、粒度分布範囲は狭かった。

実施例 3

液状硫黄とダウコーニング200フルイドを含むアスファルトセメントとをホバートラボラトリミキサー中に入っている加熱骨材中へ同時に注入することによつて舗装用混合物を製造した。この混合物の温度は138℃であり、混合サイクルは60秒であつた。混合物の組成は次の通りであ

つた。

アスファルトセメント (ガルファC500, 針入度 150~200)	4.5 重量部
液 状 硫 黄	3.0 重量部
ダウコーニング200フルイド	0.001 重量% (アスファルトに 対して)
骨材(十分に分級したもの, 9.525mm)	92.5 重量部

アスファルト4.5部を含み硫黄を含まない対照混合物を製造し、また硫黄とアスファルトとをケニックススタティックミキサーで予備乳化した混合物も製造した。各試料をマーシャル法を用いて評価した。アスファルト対照試料は127℃、35ブロー/フェース(blow/face)で突固めを行つたが、エマルジョン試料は121℃、30ブロー/フェースで突固めた。結果は第2表の通りである。

第 2 表

試 料	マーシャル安定度, lbs		フロー, 0.01 in/s	
	成形後 24時間	成形後 14日	成形後 24時間	成形後 14日
S.A.	2050	3420	9.5	12.5
S.A. 予備乳化	2690	4250	9.0	11.0
対 照	2050	2050	12.0	12.0

S.A.は本発明の硫黄-アスファルトエマルジョンを示す。

硫黄-アスファルト試料に対する121℃の初期突固め温度では、試料温度が突固め中に随次に硫黄の融点以下に低下する。もし突固め中に硫黄の固化が起こると、試料は突固め操作で損傷を受けるので、マーシャル安定度が低くなつてしまう。第2表のデータから、突固め中に固化が起こらなかったことがわかる。予備乳化しない硫黄-アスファルト試料は予備乳化試料に比べていくらかマーシャル安定度が低いが、24時間値は全く高く、14日間にわたつてマーシャル安定度の増徴的増

加が見られた。

実施例 4

908kgのアスファルト舗装用パッチプラントを用いて舗装用混合物を製造した。混合物の組成は次の通りである。

アスファルトセメント (ガルファC500, 針入度 150~200)	4.53重量部
硫 黄	2.67重量部
ダウコーニング200フルイド	0.001重量% (アスファルトに 対して)
骨材(十分に分級したもの、 12.7mm)	92.8重量部

有機シロキサン重合体を含むアスファルト流を溶融硫黄流と合流させてケニックスKMOD-10型ミキサー中を通す。このミキサーは6個のらせん状素子または邪魔板を含む直径38.1mmのミキサーである。アスファルトおよび硫黄は138℃に保ち、ミキサー通過速度は5.49m/秒であった。加熱骨材(149℃)が入っている。バグミ

17.8℃と60℃の2種の温度の乾燥環境中に7か月間貯蔵した。通常のアスファルトコンクリートでは60℃で7か月間貯蔵することは、回復アスファルト粘度について5~7年間老化させたことに匹敵することがわかっている。第2温度-17.8℃はアスファルトコンクリートの低温使用極限での M_R 変化を測定するために用いた。結果は第4表および第5表に示す通りである。

第 4 表

-17.8℃貯蔵結果

試 料	初 期 M_R (kg/cm ²)	終 期 M_R (kg/cm ²)	終期 M_R の 初期 M_R に対する%
エマルジョンA	27135.8	19613.7	72.3
アスファルトのみA	9068.7	5553.7	61.6
エマルジョンB	27417	24534.7	89.4
アスファルトのみB	7943.9	4639.8	58.2

A: 正規重量骨材使用の場合

B: 軽量骨材使用の場合

エマルジョン: 本発明のバインダー組成物

ル中に上記硫黄-アスファルトエマルジョンを計量して入れ、エマルジョンと骨材を30秒間混合した。得られた混合物の試料をマーシャル法ASTM D1559で評価した。結果は第3表の通りである。

第 3 表

マーシャル安定度, lbs		フロー, 0.01 in	
成形後 24時間	成形後 14日	成形後 24時間	成形後 14日
2530	2660	8	10
2320	3040	9.5	9.5

実施例 5

正規重量および軽量の骨材充填材ならびに通常バインダーおよび硫黄-アスファルトエマルジョンバインダーを含むアスファルトコンクリートの剛度変化を測定することによつて、耐久性の試験を行つた。

試料を試験環境中に入れる前に、各試料の弾性モジュラス M_R と密度とを測定した。試料は一

第 5 表

60℃貯蔵結果

試 料	初 期 M_R (kg/cm ²)	終 期 M_R (kg/cm ²)	終期 M_R の 初期 M_R に対する%
エマルジョンA	26151.6	29455.7	112.7
アスファルトのみA	8857.8	32759.8	370.7
エマルジョンB	27698.2	39860.1	143.9
アスファルトのみB	6537.9	21511.8	328.5

大部分の試料の終期密度は初期密度より低く、いくらか経時膨張が起こることを示している。

第4表は、-17.8℃ではすべての試料で M_R が低下することを示す。

しかし、本発明の硫黄-アスファルトエマルジョンコンクリート試料は通常のアスファルトコンクリートに比べて強度保持性が大きいことを示している。

第5表から明らかなように、60℃では硫黄-アスファルトエマルジョンコンクリート試料の強度増加は通常のアスファルト試料の強度増加より

ずつと低い。

このことは硫黄-アスファルトエマルジョンコンクリートのエージング(硬化)がずつと少なく、通常のアスファルトコンクリートより耐久性がすぐれていることを示唆している。

特開 昭51-102019(8)

5. 添付書類の目録

(1) 明細書	1通
(2) 委任状及説文	各1通
(4) 優先権証明書及訳文(追つて補充する)	各1通
(5)	通
(6)	通

6. 前記以外の発明者、特許出願人および代理人

(1) 発明者

住 所

な し

氏 名

(2) 特許出願人

住 所(居所)

氏 名(名称)

代表者

な し

國 籍

(3) 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号 電話(03)211-8741

氏 名(6254) 弁理士 山 本 茂

手 続 補 正 書(方式)

昭和 51.1.19 日

特許庁長官殿

1. 事件の表示

昭和50年 特 願 第 144350 号

2. 名 称

硫黄-壓着組成物

3. 補正をする者

事件との関係 出願人

名 称 サルファー アイベロブメント インスタテュート
オブ カナダ(サディック)

4. 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号(電話代番211-8741番)

氏名(6099) 弁理士 伊 藤 泰 夫
氏名(5995) 弁理士 中 村 隆 夫

5. 補正命令の日付

6. 補正の対象

7. 補正の内容

別紙の通り

明細書の浄書(内容に変更なし)。

(優先権証明書 訳文)

ロンドン

サザンブトン ビルディングス 25

特 許 局

下記本職事、1907年特許意匠法第62条第3項に基づき長官に代つて証明書に署名下付するため商務省により任命された官吏は茲に添付書類が

1974年12月3日

サルファー アイベロブメント インスタテュート オブ カナダ
(サディック)

によつてなされた、1974年52222号の特許出願に際し出された仮明細書並に真正なる謄本であることを証明する。

1975年12月18日

(官吏署名捺印)